

# 电位滴定法测定饲料中的钙离子含量

## 1 前言

钙是饲料中不可缺少的营养成分之一，同时也是衡量饲料是否达标的一项主要指标，由于家禽在不同生长期对饲料中钙的含量要求不一，所以准确无误的测定钙的含量具有重要的意义。

本方法是将试样中的有机物破坏，用草酸铵将其中钙离子沉淀，再用高锰酸钾法间接测出钙的含量。滴定操作简单，过程安全，减少了操作人员受伤的风险，是饲料测定的理想选择。

## 2 仪器和试剂

### 2.1 仪器

T960 全自动电位滴定仪 高温复合铂电极



10mL 滴定管

### 2.2 试剂

硫酸（1+3），高锰酸钾标准滴定液 $[c(1/5)KMnO_4=0.1mol/L]$ ，草酸铵溶液（42g/L），盐酸（1+3），浓硝酸，氨水（1+1），氨水（1+50），甲基红指示剂（1g/L）。

## 3 实验方法

### 3.1 实验步骤

取样:采用四分法缩减取样，样品需要过 40 目筛。密封备用。

试样提取：采用干法提取。取样品 3.0000g，放入瓷坩埚中电炉上小心碳化，再放入马

弗炉 550°C 下灼烧 3h, 取出, 加入盐酸 10mL, 硝酸数滴, 小心加热煮沸, 将此液移入 100mL 容量瓶中, 用水定容, 作为试样分解液。

测定：准确移取试样分解液 20mL, 于 200mL 烧杯中, 加入甲基红指示剂 2 滴, 滴加氨水至溶液为橙色, 放在电炉上小心加热至沸, 加入热的草酸铵溶液 (42g/L) 10mL, 搅拌加热至沸, 水浴加热 2h。中速滤纸过滤, 氨水 (1+50) 冲洗滤纸 6~7 次, (最后一次冲洗的滤液收集起来, 加入硫酸数滴, 于 80°C 滴加高锰酸钾一滴, 若溶液 30 内不褪色, 认为草酸根冲洗干净, 否则, 继续用氨水冲洗, 直至溶液不褪色)。最后将滤纸剪碎放入原烧杯, 加入硫酸 10mL (1+3), 加水 100mL, 水浴加热至 75~80°C, 用高锰酸钾 (0.1mol/L) 滴定至电位突跃终点, 记下滴定体积。同时做空白实验。

### 3.2 仪器参数

保存方法
运行方法
提交方法

滴定类型

滴定管体积

样品计量单位

搅拌速度

预搅拌时间  s

滴定速度

滴定前平衡电位  mv

预滴定

预滴定添加体积  mL

预滴定后搅拌时间  s

主滴定剂

试剂名称

理论浓度

方法名

工作电极

参比电极

滴定显示单位

补液速度

电极平衡时间  s

电极平衡电位  mv

最小添加体积  mL

结束体积  mL

滴定终点

| 电位突跃量 | 预控mv值 | 相关系数 | 结果单位 | 计算公式     |
|-------|-------|------|------|----------|
| 150   |       | 1    | %    | C*V1/m*a |
|       |       |      |      |          |
|       |       |      |      |          |

辅助试剂

| 滴定管 | 试剂名称 | 试剂浓度 | 单位 | 添加体积 | 添加速度 | 添加时间 |
|-----|------|------|----|------|------|------|
|     |      |      |    |      |      |      |
|     |      |      |    |      |      |      |

## 4 结果与讨论

### 4.1 实验数据

#### 4.1.2 饲料钙离子含量测定：

| 样品名称 | 滴定液浓度<br>( mol/L ) | 取样量<br>( g ) | 滴定体积<br>( mL ) | 钙离子含量<br>( % ) | 平均值<br>( % ) |
|------|--------------------|--------------|----------------|----------------|--------------|
| 饲料   | 0.0974             | 3.08507      | 2.219          | 0.6942         | 0.7208       |
|      |                    |              | 2.411          | 0.7549         |              |
|      |                    |              | 2.280          | 0.7135         |              |

### 4.2 计算公式

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.02}{m \times \frac{V}{100}} \times 100$$

其中  $X_1$ --饲料钙含量 ( % ) ，

$V_1$ --试样所消耗的高锰酸钾滴定液的体积， mL ；

$C$ --高锰酸钾滴定液的实际浓度， mol/L ；

$V_0$ --空白的体积， mL ；

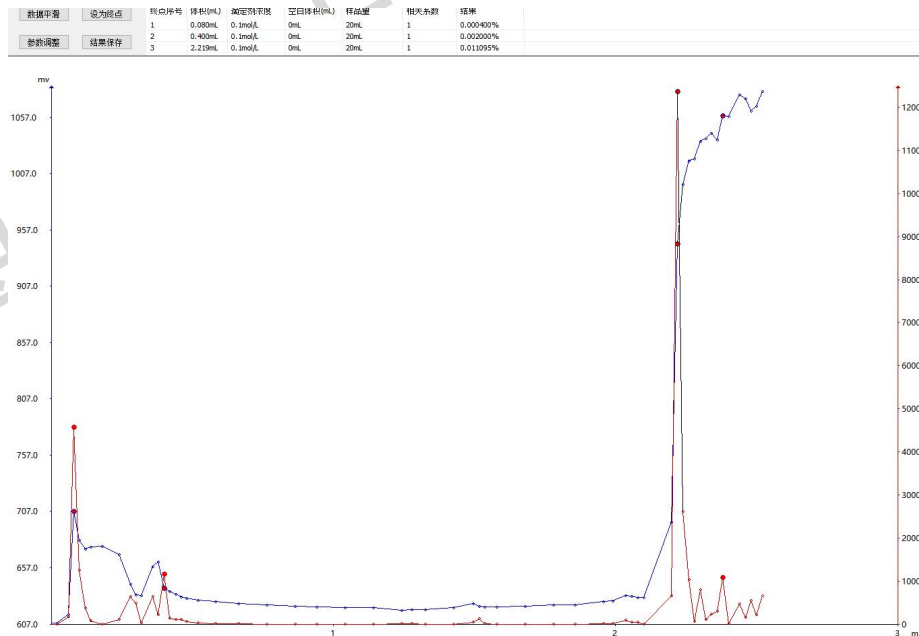
$V$ --滴定时移取试样分解液体积， mL ；

0.02 与 1.00mL 高锰酸钾标准液[ $c(1/5)KMnO_4=0.1mol/L$ ] ) 相当的钙的质量。

$m$ --试样的质量， 单位 ( g )

## 4.3 滴定图谱

### 4.3.1 饲料钙含量：



## 4.4 结论

用 T960 全自动电位滴定仪测定饲料中钙离子含量，数据重复性良好，符合 GB/T6436--2018 规定的当饲料钙离子含量低于 1%，两次独立测定的结果绝对差值不大于两结果平均值得 18%，满足饲料钙含量测定的要求。

## 参考文献

[1] GB/T6436-2018 饲料中钙的测定[S]

海能技术